

⑤1

Int. Cl.:

C 01 (1/40) 105 10 PCT

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



⑤2

Deutsche Kl.: 12 i, 21/40

⑩

⑪

⑫

⑬

⑭

Offenlegungsschrift 2002 791

Aktenzeichen: P 20 02 791.2

Anmeldetag: 16. Januar 1970Offenlegungstag: 29. Juli 1971

Ausstellungspriorität: —

③0

Unionspriorität

③2

Datum: —

③3

Land: —

③1

Aktenzeichen: —

⑤4

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Salpetersäure

⑥1

Zusatz zu: 1 911 200

⑥2

Ausscheidung aus: —

⑦1

Anmelder: Bamag Verfahrenstechnik GmbH, 6308 Butzbach

Vertreter: —

⑦2

Als Erfinder benannt: Karau, Dieter, Dipl.-Ing., 1000 Berlin

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960)

DT 2002791

2002791

DIPL.-ING. DIETER JANDER DR.-ING. MANFRED BÜNING

PATENTANWÄLTE

8 MÜNCHEN 80 (BOGENHAUSEN)
KOLBERGER STRASSE 21
Telefon: 08 11/48 27 04.

Zustelladresse:

reply to:

1 BERLIN 33 (DAHLEM)

HUTTENWEG 15

Telefon: 03 11/76 13 03

Telegramme: Consideration, Berlin

990/13 288 DE

16. Januar 1970

P a t e n t a n m e l d u n g

der Firma

PINTSCH BAMAG AKTIENGESellschaft

B u t z b a c h / Hessen.

"Verfahren zur Herstellung von Salpetersäure"

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von Salpetersäure, insbesondere mit einer Konzentration über 70 Gew. % durch Absorption von Stickstoffdioxid aus nitrosen Gasen in Wasser bzw. wässriger Salpetersäure, bei welchem Verfahren der Druck in der Ammoniakverbrennungsstufe etwa gleich dem Druck in der Absorptionsstufe ist und der Stickstoffdioxidpartialdruck in der Absorptionsstufe durch

- 2 -

109831/1871

einen Stickstoffdioxidkreislauf durch die Absorptionsstufe erhöht wird, bei welchem Kreislauf das nach der Absorption im Gas verbleibende Stickstoffdioxid durch vorzugsweise 60-75 Gew.-%ige Salpetersäure (Waschsäure) ausgewaschen, aus der Waschsäure durch den von der Ammoniakverbrennungsstufe kommenden Nitrosegasstrom in einer vor der Absorptionsstufe angeordneten ersten Entgasungsstufe ausgeblasen wird und die gesamte Waschsäure oder ein Teil derselben im Anschluß an die erste Entgasungsstufe einer zweiten Entgasungsstufe zugeleitet wird, in der die in der Waschsäure noch befindlichen Stickoxide mittels Sekundärluft ausgeblasen werden nach Patent ... (Anmeldung P 19 11 200.6-41).

Nach dem in Figur 1 der Hauptanmeldung dargestellten Ausführungsbeispiel steht die Sekundärluft unter dem in der Absorptionsstufe herrschenden Druck.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die aufnahmefähigkeit der Sekundärluft für Stickoxide zu erhöhen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Sekundärluftentgasung bei einem Druck, der kleiner als der Druck in der Absorptionsstufe ist, insbesondere bei Atmosphärendruck erfolgt.

Dieser Lösung liegt der Gedanke zugrunde, daß die Sekundärluft umso höher mit Nitrose beladen werden kann, je geringer der Druck der Sekundärluft ist.

Eine Weiterentwicklung der Erfindung besteht darin, daß der aus Sekundärluft und Stickoxiden bestehende Gasstrom mittels

eines der zweiten Entgasungsstufe nachgeschalteten Kompressors auf den in der Absorptionsstufe herrschenden Druck gebracht wird und zwischen der ersten Entgasungsstufe und der Absorptionsstufe dem Hauptgasstrom zugeleitet wird.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der einzigen Figur der Zeichnung dargestellt.

Die für den Prozeß erforderliche Luft wird nach Reinigung in einem Luftfilter 1 in einem Kompressor 2 auf einen Druck von 2 - 10 Ata, z.B. 4 Ata, verdichtet. Anschließend erfolgt die Mischung mit Ammoniakgas. Steht das Ammoniak flüssig zur Verfügung, wird es zuvor in einem Ammoniakverdampfer 5 verdampft. Das Luft-Ammoniakgemisch tritt nach Feinfilterung in einen Brenner 6 ein, in welchem an Platin-Rhodium-Katalysatoren die Umsetzung zu Stickstoffmonoxid und Wasser bei Temperaturen zwischen 800°C und 950°C erfolgt. Die Reaktionsgase werden anschließend gekühlt, wobei die Wärmeenergie teils in einem Dampferzeuger 7 und teils zur Endgasvorwärmung in einem Wärmeaustauscher 8 ausgenutzt wird. In einer Kondensator-Gaskühler 9 wird der größte Teil des Reaktionswassers unter Bildung eines 20-40%igen Säurekondensats niedergeschlagen, das mittels einer Pumpe 10 an einer Stelle entsprechender Konzentration in eine Absorptionskolonne 12 gefördert wird.

Kühlmedium ist die beladene Waschsäure aus einer Waschkolonne 13, die in dem Kühler 9 vor Eintritt in eine Ausblaskolonne 11 vorgewärmt wird.

Die nitrosen Gase passieren anschließend die Ausblaskolonne 11,

in welcher die beladene Waschsäure aus der Kolonne 13 bis auf einen Restgasgehalt von z.B. 0,5 bis 2,0 Gew.% N_2O_4 von Stickstofftetroxid befreit wird, wobei der Stickoxidgehalt des Hauptgases auf ein Mehrfaches des ursprünglichen ansteigt.

Die weitgehend stickoxidfreie Waschsäure wird, teils nach Kühlung in einem Kühler 15 mittels einer Pumpe 16 in die erste Stufe der Waschkolonne 13, teils nach Ausblasung des restlichen Tetroxids mittels Sekundärluft in einer Entgasungsstufe 18 und Kühlung in einem Kühler 19 mittels einer Pumpe 20 in die zweite Stufe der Waschkolonne 13 zurückgeleitet.

Die Entgasung der Waschsäure mit Sekundärluft erfolgt zusammen mit der Produktsäure aus der Absorptionskolonne 12.

Nach Verlassen der Ausblasekolonne 11 gelangen die nitrosen Gase in die Absorptionskolonne 12, in welcher Stickstoffdioxid unter Bildung von Salpetersäure absorbiert wird. Gas und Säure fließen im Gegenstrom. Am Kopf der Kolonne wird Prozeßwasser bzw. Kondensat aus einer Kolonne 14 aufgegeben. Die Zugabe des Säurekondensats aus dem Kühler 9 erfolgt an einer Stelle entsprechender Konzentration. Die Produktsäure wird aus dem Sumpf abgezogen.

Die nach der Absorption im Gas verbleibenden Stickoxide, die mengenmäßig etwa der im Kreislauf geführten Stickoxidgehalt entsprechen, werden anschließend in der Waschkolonne 13 ausgewaschen. Auf die erste Stufe wird die Waschsäure aus der Ausblasestufe 11 mit ca. 0,5 bis 2 Gew.% N_2O_4 nach

Kühlung in dem Kühler 15, auf die zweite Stufe die Waschsäure aus dem Entgasungsturm 18 aufgegeben. Die beladene Säure wird aus dem Sumpf der Kolonne 13 abgezogen.

Wie in der Zeichnung mit gestrichelter Linie angedeutet, kann die Waschsäure der zweiten Stufe der Waschkolonne 13 in einem separaten Kreislauf geführt werden, in welchem die Waschsäurekonzentration gleich der Produktsäurekonzentration ist.

Die die Waschkolonne 13 verlassenden Gase enthalten noch beachtliche Mengen Säuredämpfe. In einer Nachwaschkolonne 14 werden diese mit Wasser oder Säurekondensat ausgewaschen. Die praktisch stickoxidfreien Gase werden anschließend im Kühler 8 vorgewärmt und in einer Entspannungsturbine 3, die zum Antrieb des Luftkompressors 2 dient, entspannt.

Die Sekundärluft, die in die Entgasungsstufe 18 einströmt, steht unter Atmosphärendruck. Sie wird von dem Kompressor 21 angesaugt und belädt sich beim Durchstreichen der Entgasungsstufe 18 mit Stickoxiden. Der die Entgasungsstufe 18 verlassende Gasstrom, der durch den Kompressor 21 auf den Systemdruck gebracht wird, wird bei 22 dem Hauptgasstrom zugeführt.

2002791

DIPL.-ING. DIETER JANDER DR.-ING. MANFRED BÖNING

PATENTANWÄLTE

8 MÜNCHEN 80 (BOGENHAUSEN)
KOLBERGER STRASSE 21
Telefon: 08 11/48 27 04

Zustelladresse:

reply to:

1 BERLIN 33 (DAHLEM)

HOTTENWEG 15

Telefon: 03 11/76 13 03

Telegramme: Consideration Berlin

990/13 288 DE

16. Januar 1970

Patentanmeldung
der Firma
Pintsch Bagn Aktiengesellschaft
Butzbach / Hessen

P a t e n t a n s p r ü c h e

(1) Verfahren zur Herstellung von Salpetersäure, insbesondere mit einer Konzentration über 70 Gew.% durch Absorption von Stickstoffdioxid aus nitrosen Gasen in Wasser bzw. wässriger Salpetersäure, bei welchem Verfahren der Druck in der Ammoniakverbrennungsstufe etwa gleich dem Druck in der Absorptionsstufe ist und der Stickstoffdioxidpartialdruck in der Absorptionsstufe durch einen Stickstoffdioxidkreislauf durch die Absorptionsstufe erhöht wird, bei welchem Kreislauf das nach der Absorption im Gas verbleibende Stickstoffdioxid durch vorzugsweise 60-75 Gew.-%ige Salpetersäure (Waschsäure) ausgewaschen, aus der Waschsäure durch den von der Ammoniakverbrennungsstufe kommenden Nitrosegasstrom in einer vor der Absorptionsstufe angeordneten ersten Entgasungsstufe ausgeblasen wird und die gesamte Waschsäure oder ein Teil derselben im Anschluß an die erste Entgasungsstufe einer zweiten Entgasungsstufe zugeleitet wird, in der die in der Waschsäure noch befindlichen Stickoxide mittels Sekundärluft

- 2 -

109831/1871

- 1 -

2

ausgeblasen werden nach Patent (Anmeldung P 19 11 200.6-41),
dadurch g e k e n n z e i c h n e t, daß die Sekundärluft-
entgasung bei einem Druck, der kleiner als der Druck in der
Absorptionsstufe (12) ist, insbesondere bei Atmosphärendruck
erfolgt.

2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch g e k e n n z e i c h -
n e t, daß der aus Sekundärluft und Stickoxiden bestehende
Gasstrom mittels eines der zweiten Entgasungsstufe (18) nach-
geschalteten Kompressors (21) auf den in der Absorptions-
stufe (12) herrschenden Druck gebracht wird.

3) Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch g e k e n n -
z e i c h n e t, daß der aus Sekundärluft und Stickoxiden
bestehende Gasstrom zwischen der ersten Entgasungsstufe (11)
und der Absorptionsstufe (12) dem Hauptgasstrom zugeleitet
wird.

4) Verfahren nach Anspruch 1 - 3, dadurch g e k e n n -
z e i c h n e t, daß die Waschsäurekonzentration gleich der
Produktsäurekonzentration ist.

5) Verfahren nach Anspruch 1 - 4, dadurch g e k e n n -
z e i c h n e t, daß die in der Absorptionsstufe (12) erzeugte
Produktsäure in einem zweiten Waschkreislauf, bestehend aus
einem mit Sekundärluft betriebenen Entgasungsturm (18) und einer
zweiten Waschstufe (13b), die im Gasstrom nach einer ersten
Waschstufe (13a) noch verbliebenen Stickoxide auswäscht, wobei
die in der Waschstufe (13b) ablaufende beladene Säure gemeinsam
mit der aus der Absorptionsstufe (12) ablaufenden Produktsäure
entgast wird und teilweise nach Kühlung in die Waschstufe (13)
zurückgeleitet, teilweise als Produktsäure entnommen wird.

- 3 -

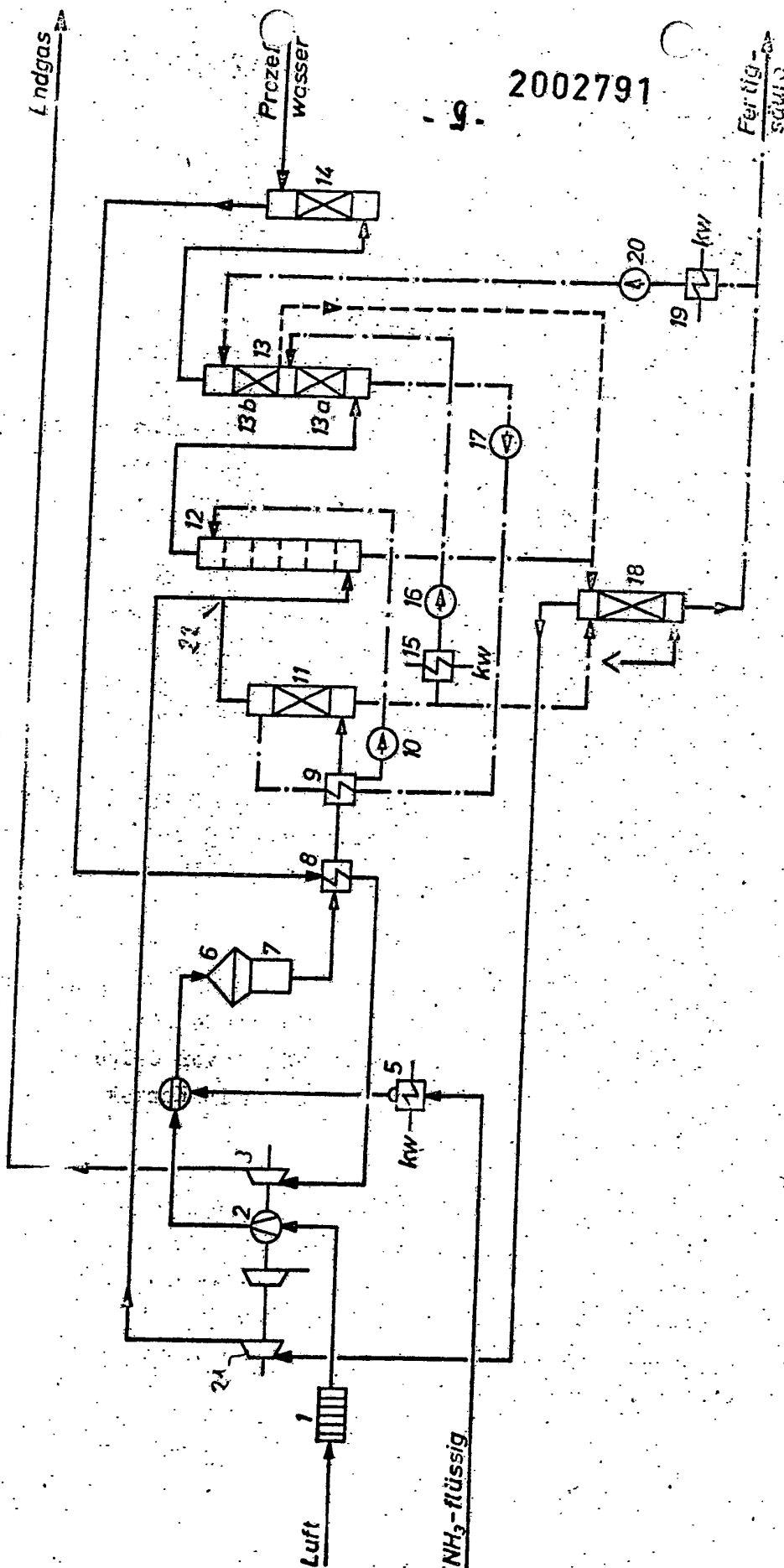
- 7 -

- 6) Verfahren nach Anspruch 1 - 5, dadurch gekennzeichnet, daß zur Vorwärmung der beladenen Waschsäure vor der Ausblasung die Kondensationswärme bei Abscheidung des Reaktionswassers sowie die Reaktionswärme bei der Oxidation des NO zu NO_2 ausgenutzt wird, und zwar sowohl in indirektem (9) als auch direktem (11) Wärmeaustausch.
- 7) Verfahren nach Anspruch 1 - 6, dadurch gekennzeichnet, daß die praktisch stickoxidfreie Waschsäure mittels Kältesole auf Temperaturen unter 0°C bis ca. -20°C abgekühlt wird und auf die zweite Stufe (13b) der Waschzone (13) aufgegeben wird.
- 8) Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur in der zweiten Waschstufe (13b) durch Einsatz von Kältesole zwischen 0°C und -20°C gehalten wird.
- 9) Verfahren nach Anspruch 1 - 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Gase nach Passieren der Waschstufe (13) in einer weiteren Waschstufe (14) zur Auswaschung von Salpetersäuredämpfen mit Wasser oder Säurekondensaten in Kontakt gebracht werden.
- 10) Verfahren nach Anspruch 1 - 9, dadurch gekennzeichnet, daß durch entsprechende Oxidationsräume für das Nitrosegas vor Eintritt in die Ausblase- und/oder Waschstufe (11,13) der Oxidationsgrad der Gase so eingestellt wird, daß thermodynamisches Gleichgewicht zwischen Gas und Säure herrscht.

DJ:EP

BAD ORIGINAL

109831/1871



12 i 21-40 AT: 16.01.1970 OT: 29.07.1971

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

This Page Blank (uspio)